

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-104902

(43)Date of publication of application : 22.04.1997

(51)Int.Cl.

B22F 3/02  
B22F 1/02

(21)Application number : 07-258429

(22)Date of filing : 05.10.1995

(71)Applicant : SHIN ETSU CHEM CO LTD

(72)Inventor : KAWABATA MITSUO  
YOKOYAMA TOSHIICHI  
KENMOCHI SOICHIRO  
TAKAGUCHI KAZUHIRO

## (54) POWDER COMPACTING METHOD

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To control the friction among powder particles or between a mold and powder particles at a low level or below and to improve the properties of a sintered product by forming a coating film consisting of a solid lubricant on the surface of at least any one of the powder and the mold inner wall and, thereafter, compacting the powder.

**SOLUTION:** In powder metallurgy, a coating film consisting of a lubricant is formed on the surface of at least any one of the powder and the mold inner wall before filling a mold with a powder, by heating a solid lubricant consisting of a fatty acid or metallic soap to a temp. at or above the melting point of the lubricant to melt it and, thereafter, atomizing and spraying the melted lubricant. At this time, the atomized lubricant is allowed to impact on the surface of the powder or mold inner wall to stick it to the surface and, concurrently, the lubricant is cooled to instantaneously form a uniform lubricant coating film without requiring any drying time. By using this method, since the rotation of each of magnetic particles in the compacting process in a magnetic field becomes smooth, an anisotropic rare earth sintered magnet having a high degree of orientation, and accordingly, a high residual flux density can be manufactured. Further, the content of oxygen or hydrogen in the sintered magnet can be controlled at a low level or below to improve the coercive force of the magnet.

特開平9-104902

(43) 公開日 平成9年(1997)4月22日

(51) Int. Cl. <sup>6</sup>B22F 3/02  
1/02

識別記号

F I

B22F 3/02  
1/02M  
B

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全5頁)

(21) 出願番号 特願平7-258429

(22) 出願日 平成7年(1995)10月5日

(71) 出願人 000002060

信越化学工業株式会社

東京都千代田区大手町二丁目6番1号

(72) 発明者 川端 光雄

福井県武生市北府2丁目1番5号 信越化学工業株式会社武生工場内

(72) 発明者 横山 敏一

東京都千代田区大手町2丁目6番1号 信越化学工業株式会社本社内

(72) 発明者 梶持 惣一郎

東京都千代田区大手町2丁目6番1号 信越化学工業株式会社本社内

(74) 代理人 弁理士 山本 亮一 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 粉末成形方法

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 粉末冶金法の粉末成形方法において、成形体の物性、作業性を向上させる粉末成形法を提供する。

【解決手段】 本発明の粉末成形法は、粉末冶金法の成形工程において、粉末を金型に充填する前に、粉末、金型内壁の少なくともどちらか一方に、脂肪酸、または金属石けんからなる固体潤滑剤をその融点以上に加熱して溶融した後、噴霧して、粉末、金型内壁の表面に潤滑剤の被膜を形成させたのち、成形を行うことを特徴とするものである。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 粉末冶金法の成形工程において、粉末を金型に充填する前に、粉末、金型内壁の少なくともどちらか一方に、脂肪酸、または金属石けんからなる固体潤滑剤をその融点以上に加熱して熔融した後、噴霧して、粉末、金型内壁の表面に潤滑剤の被膜を形成させたのち、成形を行うことを特徴とする粉末成形方法。

【請求項 2】 前記粉末が希土類磁石用合金粉末である請求項 1 に記載の粉末成形方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】 本発明は粉末成形方法、特に粉末冶金法の成形工程の成形時における金型潤滑法に関するものである。

## 【 0 0 0 2 】

【従来の技術】 本発明は粉末冶金法の成形工程に関するものであるが、粉末冶金法とは金属や、酸化物、炭化物、窒化物などセラミックスからなる粉体を、金型に充填して加圧成形を行い、得られた成形体を加熱して焼結する方法である。粉末冶金法によって製造される製品としては、磁性材料、超硬合金、機械部品、含油軸受部品、耐熱材料、接点材料などがあり、近年、自動車産業、機械産業、電子電気産業などの分野の発展により、これら粉末冶金法によって製造される製品はますます重要になってきている。

【 0 0 0 3 】 粉末冶金法の成形工程においては、潤滑剤が用いられることが多く、成形工程で潤滑剤を使用することにより、粉末相互の粒子間摩擦や粉末と金型の内壁との摩擦が低減されるため、粉体の流動性が向上し、また、粉体の凝集が防止される。その結果、成形体密度が均一で、強度の優れた成形体を得ることができ、さらには、金型の摩耗を低減し、成形体を取り出す際の取り出し圧を小さくすることもでき、作業面においても大きな効果を得ることができる。

【 0 0 0 4 】 この成形工程で用いられる潤滑剤としては、ステアリン酸、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸鉛、ステアリン酸カルシウムなどの金属石けん、ステアリン酸ビスアミド、パラフィンワックス、グラファイト、二硫化モリブデンなどがあり、どのような潤滑剤を使用するかは、粉体の組成や粒度、成形条件、焼結条件、製品の仕上がりなどにより決定される。これら潤滑剤は、一般的に粒状で使用され、成形工程前に粉体と混合され、成形工程へと供される。潤滑剤の添加量、粒度は、成形体、焼結製品の特性、仕上がりなどに大きく影響するので、注意深く選定される。潤滑剤の添加量が多すぎる場合には、焼結終了後の製品中に潤滑剤成分が残存し、所定の製品特性が得られない場合があり、また少ない場合には、潤滑効果が少なくなる。

【 0 0 0 5 】 特に、焼結永久磁石の成形過程では、外部磁場を印加することにより、磁性粒子の容易磁化方向を

外部磁場方向へ揃えて成形し、残留磁束密度の高い異方性焼結磁石を得ているが、この場合、外部磁場印加による各磁性粒子の回転をスムーズに行わせるためには、粒子間に働く摩擦を抑える必要がある。また、外部磁場により磁性粒子を配向させた後、成形の圧縮力によりその摩擦力で配向が乱されるので、磁性粒と金型内壁との摩擦を抑える必要があることから、この潤滑剤は大きな役割を果たしている。

## 【 0 0 0 6 】

10 【発明が解決しようとする課題】 しかし、粉末冶金法においては潤滑剤が粉体に混合されるが、この潤滑剤は一般に粒子の形で使用されるので、たとえそれが十分に均一に混合されたとしても粉体表面全面に潤滑剤が作用できるはずはなく、したがって潤滑剤の効果は局部的なものとなってその効果が限定され、潤滑効果を上げるためにその添加量を増加させると得られる製品に支障があるので、その添加量にも限界がある。

20 【 0 0 0 7 】 そのため、これについては潤滑剤を適当な溶媒に溶かし、その溶媒を粉体と混合したり、またはこの溶媒に粉体を浸漬し、あるいはまたその溶媒を粉体に噴霧するという方法もとられているが、この方法では溶媒成分の酸素や炭素が焼結製品中に多量に残存して製品の特性を悪化させることがあり、金属製品の場合にはそのような事態の生ずることが多い。なお、異方性希土類焼結磁石の製造においては酸素や炭素と反応しやすい希土類元素がその構成成分として含まれるために、この酸素や炭素の存在は致命的になることがある。

## 【 0 0 0 8 】

30 【課題を解決するための手段】 本発明はこのような不利、問題点を解決した粉末冶金法における粉体成形方法に関するものであり、これは粉末冶金法の成形工程において、粉末を金型に充填する前に、粉末、金型内壁の少なくともどちらか一方に、脂肪酸、または金属石けんからなる固体潤滑剤をその融点以上に加熱して熔融した後、噴霧して、粉末、金型内壁の表面に潤滑剤の被膜を形成させたのち、成形を行うことを特徴とするものである。以下にこれをさらに詳述する。

40 【 0 0 0 9 】 本発明による粉末成形方法は、上記したように、粉末冶金法の成形工程において、粉末または金型内壁に脂肪酸または金属石けんからなる固体潤滑剤を溶融し噴霧するものであるが、これによれば粉体表面または金型内壁表面の全体に均一に潤滑性被膜を形成することができるので、粉体粒子間の摩擦、粉体と金型との摩擦を局所的ではなく、全体的に抑制することができ、したがって成形体の特性、焼結製品の特性が向上し、その作業性も向上し、さらには潤滑剤を混合する工程も省略できるため工程を簡略化することができ、特に焼結磁石の製造においては、外部磁場による配向が向上し、また金型による配向の乱れも抑制できるので、磁気特性の高い異方性焼結磁石を製造することができるという有利性

が与えられる。

【0010】

【発明の実施の形態】本発明の粉末成形方法で使用される脂肪酸または金属石けんからなる固体潤滑剤は、化学式  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_n\text{COOH}$  または  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_n\text{COOM}$  ( $M$  は  $\text{Pb}$ 、 $\text{Mn}$ 、 $\text{Al}$ 、 $\text{Cu}$ 、 $\text{Zn}$ 、 $\text{Cr}$ 、 $\text{Ca}$ 、 $\text{Li}$  のうちの 1 種) で示される物質であるが、この代表的なものとしてはステアリン酸、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸カルシウムなどである。これらは融点が  $100^\circ\text{C}$  前後と低いので簡便な装置で溶融噴霧することができ、溶融状態では噴霧に十分な粘度のものとなるので保温した潤滑剤のタンクとスプレーノズルを用いて噴霧することができる。固体潤滑剤の噴霧量は粉末に対して  $0.001$  重量%未満だと潤滑性能が不十分となり、 $2$  重量%を越えると焼結後に炭素が多く残留して磁気特性が悪くなるので  $0.001 \sim 2$  重量%がよい。

【0011】また、ここに噴霧された潤滑剤は粉体表面、金型内壁に衝突し付着すると同時に冷却され、瞬時に均一な潤滑被膜を形成するので乾燥の時間は不要であり、この噴霧時間とノズルの形状を選択すれば、この潤滑被膜の形状と厚みを任意のものとすることができる。しかし、粉体に潤滑剤を噴霧する場合には、粉体全体に潤滑剤が付着するように粉体を揺動しながら噴霧することがよく、また金属製品を製造する場合には、その金属製品が酸化を嫌うため、この工程が不活性ガス中で行なわれているときには、潤滑剤の噴霧も不活性ガス中で行なうことがよい。

【0012】なお、本発明による粉末成形方法では溶剤を使用することなく、粉体表面、金型内壁表面を全体的に潤滑剤被膜で被覆することができるので、これは特に異方性希土類焼結磁石の製造に有効な方法とされる。すなわち、本発明の方法によれば磁場中の成形過程での磁力粒子の回転がスムーズになるので配向度の高い、したがって残留磁束密度の大きな異方性希土類焼結磁石を製造することができ、さらには焼結磁石中の酸素や炭素の量を抑えることもできるので、その保磁力が向上する。

【0013】この異方性希土類磁石には  $\text{R-Co}$  系、 $\text{R-Fe-B}$  系 ( $\text{R}$  は  $\text{Y}$  を含む希土類元素のうちの少なくとも 1 種) などがある。 $\text{R-Co}$  系希土類磁石には  $\text{RCO}_5$  系、 $\text{R}_2\text{Co}_{17}$  系などがあるが、実用に供されているのは殆どが  $\text{R}_2\text{Co}_{17}$  系であり、通常重量百分率で  $20 \sim 28\%$  の  $\text{R}$ 、 $5 \sim 30\%$  の  $\text{Fe}$ 、 $3 \sim 10\%$  の  $\text{Cu}$ 、 $1 \sim 5\%$  の  $\text{Zr}$ 、残りが  $\text{Co}$  となるものであるが、原料金属を秤量して溶解、鋳造し、得られた合金を平均粒径  $1 \sim 20 \mu\text{m}$  にまで微粉砕し、これを磁場中で成形し、その後  $1,100 \sim 1,250^\circ\text{C}$  で  $0.5 \sim 5$  時間焼結する。ついで、これを焼結温度よりも  $0 \sim 50^\circ\text{C}$  低い温度で  $0.5 \sim 5$  時間溶体化し、最後に通常  $700 \sim 950^\circ\text{C}$  で初段時効処理し、その後連続冷却または多段時効することによって製造される。

【0014】また、この  $\text{R-Fe-B}$  系希土類磁石は通常重量

百分率で  $5 \sim 40\%$  の  $\text{R}$ 、 $50 \sim 90\%$  の  $\text{Fe}$ 、 $0.2 \sim 8\%$  の  $\text{B}$  からなるものとされるが、このものは磁気特性改善のために  $\text{C}$ 、 $\text{Al}$ 、 $\text{Si}$ 、 $\text{Ti}$ 、 $\text{V}$ 、 $\text{Cr}$ 、 $\text{Mn}$ 、 $\text{Co}$ 、 $\text{Ni}$ 、 $\text{Cu}$ 、 $\text{Zn}$ 、 $\text{Ga}$ 、 $\text{Zr}$ 、 $\text{Nb}$ 、 $\text{Mo}$ 、 $\text{Ag}$ 、 $\text{Sn}$ 、 $\text{Hf}$ 、 $\text{Ta}$ 、 $\text{W}$  などの添加元素を加えることが多い。これら添加物の添加量は  $\text{Co}$  の場合  $30$  重量%以下、その他の元素は  $8$  重量%以下とするのが普通であり、これ以上とすると逆に磁気特性が劣化される。なお、この  $\text{R-Fe-B}$  系希土類磁石の製造は、原料金属を秤量して溶解、鋳造し、得られた合金を平均粒径が  $1 \sim 20 \mu\text{m}$  になるまで粉砕したのち、磁場内で成形し、 $1,000 \sim 1,200^\circ\text{C}$  で  $0.5 \sim 5$  時間焼結し、最後に  $400 \sim 1,000^\circ\text{C}$  で時効処理を行えばよい。

【0015】

【実施例】

実施例 1

図 1 に示した噴霧装置を用いて、ステアリン酸をヒーターを用いて加熱溶融し、これを噴霧エアーにより噴霧ノズルから平均粒径  $5 \mu\text{m}$  の  $\text{R-Fe-B}$  系磁力粉に噴霧したが、この噴霧量は磁石粉の重量測定値からその  $0.1$  重量%とすると共に、このステアリン酸はこの噴霧装置を用いて金型内壁にも噴霧した。

【0016】ついで、この磁石粉を金型内に供給し、電磁石により  $15\text{kOe}$  の磁場を印加し、磁場を印加したまま磁場印加方向と垂直な方向に  $1 \text{ ton/cm}^2$  の圧力をかけて成形し、この成形体を真空中において  $1,060^\circ\text{C}$  で  $90$  分焼結し、さらに  $540^\circ\text{C}$  で時効処理を行なったところ、 $\text{R-Fe-B}$  系焼結磁石が得られたので、この磁気特性を  $\text{B-H}$  トレーサーを用いて測定したところ、この残留磁束密度は  $12.73\text{kG}$  であった。

【0017】実施例 2

平均粒径が  $5 \mu\text{m}$  である  $\text{R-Fe-B}$  系磁力粉に図 1 に示した噴霧装置で加熱溶融したステアリン酸を  $0.1$  重量%を噴霧したが、金型内壁にはステアリン酸を噴霧せず、この金型内にステアリン酸を噴霧した磁石粉を供給し、以下実施例 1 と同様に処理して  $\text{R-Fe-B}$  系焼結磁石を製造し、その磁気特性を  $\text{B-H}$  トレーサーを用いて測定したところ、その残留磁束密度は  $12.65\text{kG}$  であった。

【0018】実施例 3

実施例 1 の方法において、金型にステアリン酸を噴霧したが、 $\text{R-Fe-B}$  系磁石粉にはステアリン酸を噴霧せず、以下実施例 1 と同様に処理して  $\text{R-Fe-B}$  系焼結磁石を製造し、その磁気特性を  $\text{B-H}$  トレーサーを用いて測定したところ、その残留磁束密度は  $12.51\text{kG}$  であった。

【0019】比較例 1

$\text{R-Fe-B}$  系磁石粉にも、また金型にもステアリン酸を噴霧せず、この  $\text{R-Fe-B}$  系磁石を金型内に供給し、以下実施例 1 と同様に処理して  $\text{R-Fe-B}$  系焼結磁石を製造し、その磁気特性を  $\text{B-H}$  トレーサーを用いて測定したところ、その残留磁束密度は  $12.08\text{kG}$  であった。

## 【0020】比較例 2

実施例 1 の R-Fe-B 系磁石粉にステアリン酸を 0.1 重量% 添加し、混合した。この磁石粉を金型に充填し、実施例 1 と同様な実験を行った。その結果、得られた磁石の残留磁束密度は 12.38kG であった。

## 【0021】比較例 3

図 1 に示した溶融ステアリン酸をステアリン酸をエタノールに溶かしたエタノール溶液とし、これを実施例 1 で用いた R-Fe-B 系磁石粉にステアリン酸が 0.1 重量% となるように噴霧し、これを金型内に供給し、以下実施例 1 と同様に処理して R-Fe-B 系焼結磁石を製造したところ、この場合には焼結の際に R-Fe-B 系磁石粉が酸化してしまったので、磁気特性を測定するまでに至らなかった。

## 【0022】実施例 4

平均粒径が 5  $\mu$ m である  $R_2Co_{17}$  系磁石粉に図 1 に示した噴霧装置を用いてステアリン酸を 0.1 重量% を噴霧すると共に、この金型内壁にもステアリン酸を噴霧し、この金型に  $R_2Co_{17}$  系磁石粉を供給し、これに電磁石により 18kOe の磁場を印加し、磁場に印加したままで磁場印加方向と垂直方向に 0.8ton/cm<sup>2</sup> の圧力をかけて成形した。

【0023】について、この成形体をアルゴンガス雰囲気において 1,200℃ で焼結し、1,180℃ で溶体化し、初段時効として 850℃ で 2 時間保持したのち、1℃/分の冷却速度で 400℃ まで連続冷却し、その後急冷したところ、 $R_2Co_{17}$  系焼結磁石が得られたので、この磁気特性を B-H トレーサーを用いて測定したところ、その残留磁束密度は 10.46kG であった。

## 【0024】比較例 4

例 No.	粉 体	潤 滑 剤	流動度 (sec/50g)	成形密度 (g/cc)	焼結後引張強さ (kgf/cm <sup>2</sup> )
実施例 5	金属 Fe 粉	ステアリン酸亜鉛	25	6.7	22.4
比較例 5	金属 Fe 粉	なし	31	6.5	17.6
実施例 6	ステンレス鋼粉末	ステアリン酸カルシウム	25	6.6	30.1
実施例 7	ステンレス鋼粉末	ステアリン酸リチウム	26	6.5	27.3
比較例 6	ステンレス鋼粉末	なし	28	6.2	25.7

## 【0028】

【発明の効果】本発明は粉末成形方法、特に粉末冶金法における粉末成形方法に関するものであるが、これによれば粉体表面および／または金型内壁表面に潤滑剤被膜が設けられるので、粒体粒子間の摩擦、粉体と金型との摩擦が抑制され、したがってこれから作られる成形体

実施例 4 で用いた  $R_2Co_{17}$  系磁石粉を用いたが、この  $R_2Co_{17}$  系磁石粉および金型にはステアリン酸を噴霧せず、この  $R_2Co_{17}$  系磁石粉を金型に供給し、実施例 4 と同様に処理して  $R_2Co_{17}$  系焼結磁石を製造し、その磁気特性を B-H トレーサーを用いて測定したところ、その残留磁束密度は 10.19kG であった。

## 【0025】実施例 5～7、比較例 5～6

粒度が 100 メッシュ以下の金属 Fe 粉またはステンレス鋼粉を表 1 に記載した潤滑剤（ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸カルシウムまたはステアリン酸リチウム）を図 1 に示した噴霧装置を用いて金属粉に対して 0.1 重量% 噴霧すると共に、この金型内壁にもこの潤滑剤を噴霧し、このように処理した Fe 粉、ステンレス鋼粉の流動度を測定したところ、表 1 に記載した通りの結果得られた。

【0026】について、このように処理した金属 Fe 粉またはステンレス鋼粉を金型に充填し、成形圧力 6 ton/cm<sup>2</sup> で成形したところ、この成形体密度は表 1 に示したとおりのものとなったが、この粉末についてはこれを 1,200℃ で 1 時間焼結し、この焼結体の引張強度を測定したところ、表 1 に併記したとおりの結果が得られた。なお、比較例 5～6 はこの金属 Fe 粉、ステンレス鋼粉に潤滑剤を噴霧しないものの例であり、このものの流動度、成形体密度、焼結体の引張強度は表 1 に併記したとおりのものであった。

## 【0027】

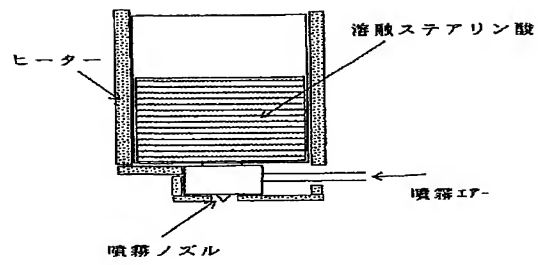
## 【表 1】

は物性が向上し、作業性も向上するが、これは特に焼結磁石の製造において磁気特性の高い異方性焼結磁石の製造に有効とされるという有利性が与えられる。

## 【図面の簡単な説明】

【図 1】潤滑剤としてステアリン酸を用いるステアリン酸噴霧装置の縦断面図を示したものである。

【図 1】



---

フロントページの続き

(72) 発明者 高口 和博  
福井県武生市北府 2 丁目 1 番 5 号 信越化  
学工業株式会社磁性材料研究所内